

Purification of sulfuryl fluoride

Publication number: DE10204935

Publication date: 2003-08-21

Inventor: EICHER JOHANNES (DE); MAREK MATTHIAS (DE);
HIRSCH LORE (DE)

Applicant: SOLVAY FLUOR & DERIVATE (DE)

Classification:





- **International:** **B01D53/04; C01B17/45; B01D53/04; C01B17/00;**
(IPC1-7): C01B17/45

- **European:** B01D53/04; C01B17/45

Application number: DE20021004935 20020207

Priority number(s): DE20021004935 20020207

Also published as:

 WO03066520 (A1)
 EP1474358 (A1)
 US7014831 (B2)
 US2005022664 (A1)
 EP1474358 (A0)

more >>

Report a data error here

Abstract not available for DE10204935

Abstract of corresponding document: **US2005022664**

Sulfuryl fluoride, which is useful as a fumigant, may be contaminated with sulfur dioxide and possibly other impurities such as sulfuryl chloride, depending on the way it is produced. According to the invention, sulfur dioxide and, if applicable, sulfuryl chloride fluoride are removed from a contaminated sulfuryl fluoride product by using aluminum oxide as an adsorbing agent. The method of the invention is highly advantageous because it eliminates the need to use activated carbon as an additional adsorbent.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

inis Page Blank (uspto)



⑮ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 102 04 935 A 1**

⑤① Int. Cl. 7:
C 01 B 17/45

⑳ Aktenzeichen: 102 04 935.1
㉔ Anmeldetag: 7. 2. 2002
㉕ Offenlegungstag: 21. 8. 2003

DE 102 04 935 A 1

㉑ **Anmelder:**
Solvay Fluor und Derivate GmbH, 30173 Hannover,
DE

㉒ **Erfinder:**
Eicher, Johannes, 74229 Oedheim, DE; Marek,
Matthias, 74254 Offenau, DE; Hirsch, Lore, 74177
Bad Friedrichshall, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ **Reinigung von Sulfurylfluorid**

⑤⑦ Herstellungs- oder anwendungsbedingt kann Sulfurylfluorid mit Schwefeldioxid und gegebenenfalls anderen Verunreinigungen wie beispielsweise Sulfurylchloridfluorid verunreinigt sein. Es wurde festgestellt, daß Aluminiumoxid als Adsorptionsmittel die Abtrennung von Schwefeldioxid und, falls enthalten, auch von Sulfurylchloridfluorid ermöglicht. Die zusätzliche Verwendung von Aktivkohle erübrigt sich dadurch.

DE 102 04 935 A 1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus Sulfurylfluorid, das mit Schwefeldioxid verunreinigt ist.

[0002] Sulfurylfluorid ist ein Begasungsmittel, beispielsweise zur Anwendung in Museen. Es kann aus Schwefeldioxid, Chlor und Fluorwasserstoff über Katalysatoren hergestellt werden. Herstellungsbedingt, auch bei anderen Herstellungsverfahren, oder anwendungsbedingt, kann Schwefeldioxid als Verunreinigung enthalten sein. Es ist wünschenswert, wenn das Schwefeldioxid aus dem damit verunreinigten Sulfurylfluorid abgetrennt wird.

[0003] Das US-Patent 4,950,464 lehrt, daß Thionylfluorid, saure Bestandteile, Wasser und "bestimmte andere Verunreinigungen" mit aktiviertem Aluminiumoxid abgetrennt werden können. Mit Aktivkohle, so das genannte US-Patent, könne Schwefeldioxid, Fluorwasserstoff, chlorierte Kohlenwasserstoffe und bestimmte andere Verunreinigungen abgetrennt werden. Die Adsorptionsmittel können auch hintereinander eingesetzt werden.

[0004] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren anzugeben, mit welchem die Reinigung von Sulfurylfluorid, welches Schwefeldioxid enthält, vereinfacht wird.

[0005] Diese Aufgabe wird durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung gelöst.

[0006] Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung von gereinigtem Sulfurylfluorid aus Sulfurylfluorid, welches mit Schwefeldioxid verunreinigt ist, sieht vor, daß man das mit Schwefeldioxid verunreinigte Sulfurylfluorid in einer Adsorptionsstufe mit Aluminiumoxid kontaktiert, um Schwefeldioxid abzutrennen.

[0007] Bevorzugt setzt man aktiviertes Aluminiumoxid ein.

[0008] Das Aluminiumoxid kann in beliebiger Form eingesetzt werden, beispielsweise als Granulat oder als Pulver. Es dient dazu, das Schwefeldioxid zu adsorbieren. Andere Verunreinigungen wie Thionylfluorid, saure Bestandteile, Wasser und Sulfurylchloridfluorid, sofern vorhanden, werden ebenfalls adsorbiert. Aktivkohle ist nicht notwendig, insbesondere dann nicht, wenn herstellungsbedingt keine chlorierten Kohlenwasserstoffe enthalten sind. Bevorzugt wird Aktivkohle also nicht eingesetzt, und die Verwendung einer einzigen Adsorptionsmittelsorte ist natürlich verfahrenstechnisch vorteilhaft.

[0009] Selbstverständlich kann man auch mehrere Adsorptionsstufen mit Aluminiumoxid vorsehen. Die erfindungsgemäße Reinigung unter Verwendung einer Aluminiumoxid-Adsorptionsstufe kann natürlich mit üblichen Reinigungsmaßnahmen wie Kontaktieren mit Reinigungslösungen, beispielsweise mit Wasser, schwach alkalischen Lösungen, insbesondere schwach alkalischen wäßrigen Lösungen, oder mit einer oxidativen Wäsche, beispielsweise mit einer wäßrigen Wasserstoffperoxidlösung, kombiniert werden. Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform kontaktiert man das Sulfurylfluorid zunächst mit einer oxidativen Wäsche, vorzugsweise einer wäßrigen Wasserstoffperoxidlösung. Anschließend wird das derart vorbehandelte Sulfurylfluorid durch eine oder mehrere Aluminiumoxid-Adsorptionsmittelstufen geleitet.

[0010] Das Kontaktieren des Sulfurylfluorids mit Aluminiumoxid wird üblicherweise in einem Temperaturbereich von -30°C bis $+100^{\circ}\text{C}$, vorzugsweise Umgebungstemperatur, und einem Druck im Bereich von 0 bis 20 bar, vorzugsweise bei Umgebungsdruck, insbesondere in der Gasphase durchgeführt.

[0011] Das erfindungsgemäße Verfahren weist den Vorteil

auf, daß nur eine Sorte an Adsorptionsmittel, nämlich Aluminiumoxid, verwendet werden muß. Schwefeldioxid und andere Verunreinigungen wie beispielsweise Sulfurylchloridfluorid können zuverlässig abgetrennt werden.

[0012] Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung weiter erläutern, ohne sie in ihrem Umfang einzuschränken.

Allgemeines

[0013] Das verwendete Compalox® (AN/V-850) ist ein Handelsprodukt der Firma Martinswerk GmbH, Bergheim, Deutschland. Es handelt sich um ein aktives, körniges Aluminiumoxid.

Durchschnittsanalyse: 90 Gew.-% Al_2O_3

Glühverlust: 9 Gew.-%

Porenvolumen: $0,35 \text{ cm}^3/\text{g}$

spezifische Oberfläche: $200\text{--}260 \text{ m}^2/\text{g}$

Standardkörnung: $5\text{--}10 \text{ mm}$

Schüttdichte: $850 \text{ kg}/\text{m}^3$

Beispiel 1

[0014] SO_2F_2 -Reinigung, hoher SO_2 -Startgehalt

[0015] In ein Glasrohr mit einem Inhalt von 250 ml wurden 200 ml Compalox® eingefüllt. Durch das gefüllte Glasrohr wurden bei 20°C und 1 bar abs. 380 g Sulfurylfluorid (SF_6) mit einem Gehalt von 250 ppm SO_2 hindurchgeleitet. Die Kontaktzeit betrug dabei 3 sec. Nach der Compalox®-Passage wurde ein SO_2 -Gehalt von 100 ppm festgestellt. (Analysemmethode: GC und Dräger-Meßröhrchen SO_2).

Beispiel 2

[0016] Versuchsaufbau, Versuchsverlauf, Analytik und eingesetzte Mengen wie in Beispiel 1. Der SO_2 -Gehalt war zuvor in einem 8202-Wäscher von 250 ppm auf 50 ppm reduziert worden.

Ergebnis

Startwert SO_2 : 50 ppm

Endwert SO_2 : 32 ppm

Beispiel 3

Großversuch, geringer SO_2 -Startgehalt

[0017] In ein Stahlrohr mit einem Inhalt von 100 l wurden 85 kg Compalox® eingefüllt. Durch das gefüllte Stahlrohr wurden bei 20°C und 1 bar abs. 418 kg Sulfurylfluorid (SF_6) mit einem Gehalt von 25 ppm SO_2 hindurchgeleitet. Die Kontaktzeit betrug dabei 20 sec. Nach der Compalox®-Passage wurde ein SO_2 -Gehalt von 10 ppm festgestellt. (Analysemmethode: GC und Dräger-Meßröhrchen SO_2).

Beispiel 4

Feinreinigung

[0018] Durch das bereits in Beispiel 3 verwendete Compalox® wurden unter den gleichen physikalischen Bedingungen weitere 527 kg SF_6 mit einem SO_2 -Gehalt von 10 bis 15 ppm geleitet. Da das eingesetzte SF_6 aus einem laufenden SF_6 -Prozeß stammte, wurden unterschiedliche Proben zu Beginn und bei weiterem Fortschritt der Produktionskampagne genommen. Nach der Compalox®-Passage wurden SO_2 -Gehalte zwischen 2 und 8 ppm festgestellt. (Analysemmethode: GC und Dräger-Meßröhrchen SO_2).

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von gereinigtem SO_2F_2 aus SO_2F_2 , welches mit SO_2 verunreinigt ist, wobei man das mit SO_2 verunreinigte SO_2F_2 in einer Adsorptionsstufe mit Aluminiumoxid kontaktiert, um SO_2 abzutrennen. 5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Adsorptionsstufe als SO_2 adsorbierendes Agens nur Aluminiumoxid enthält. 10
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das SO_2F_2 vor und/oder nach der Adsorptionsstufe in mindestens einer Waschstufe mit Waschflüssigkeit kontaktiert.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man das SO_2F_2 vor der Adsorptionsstufe in mindestens einer Waschstufe mit Wasser, einer schwach alkalischen Flüssigkeit oder einer oxidierenden Flüssigkeit kontaktiert. 15
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die vor die Adsorptionsstufe geschaltete Waschstufe eine wäßrige Wasserstoffperoxidlösung enthält. 20
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das mit SO_2 verunreinigte SO_2F_2 auch SO_2FCl als Verunreinigung enthält, welches in der Adsorptionsstufe zwecks Abtrennung mit Aluminiumoxid kontaktiert wird. 25
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Aluminiumoxid aktiviertes Aluminiumoxid ist. 30
8. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man das die Adsorptionsstufe verlassende SO_2F_2 einer Nachreinigung unterwirft. 35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

This Page Blank (usptc)